

1/1 WPAT - (C) Derwent

AN - 1993-305462 [39]

XA - C1993-135870

XP - N1993-234972

TI - Process oils of specified poly:cyclic aromatic content - used in the manufacture of elastomers, partic. rubber tyres, and in printing ink industry

DC - A60 G02 H08 Q11

PA - (BRPE) BP FRANCE

IN - BLANCHARD X; GADENNE S; LAMBERT D

NP - 1

NC - 1

PN - FR2685705 A1 19930702 DW1993-39 C10M-101/00 34p *

AP: 1991FR-0016291 19911230

PR - 1991FR-0016291 19911230

IC - C10M-101/00 B29D-030/00 B60C-001/00 C09D-011/00

AB - FR2685705 A

Process oils which have a polycyclic aromatic content (PCA) less than 3% and having the following characteristics: Kinematic viscosity at 100 deg.C 15-37 mm²/5. Aniline Pt. = 65-105 deg.C; Viscosity-gravity constant (VGC) = 0.845-0.900; and Aromatic cpds. = 20-75% are claimed.

- Also claimed is the prepn. of these prods. by mixt. of base lubric and use as process oils and additives.

- USE - The oils are suitable for use in the rubber tyre and printing ink industries, and are also used as additives with de-watering and anti-rust properties, and as diluents for polymers. (Dwg.0/0)

MC - CPI: A08-S A12-T01 G02-A04A H08-D

UP - 1993-39

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 685 705

(21) N° d'enregistrement national :

91 16291

(51) Int Cl⁸ : C 10 M 101/00, C 09 D 11/00, B 29 D 30/00, B 60 C 1/00

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(12)

(22) Date de dépôt : 30.12.91.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : 02.07.93 Bulletin 93/26.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.

(60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

(71) Demandeur(s) : Société Anonyme dite: BP FRANCE
— FR.

(72) Inventeur(s) : Blanchard Xavier, Gadenne Sophie et
Lambert Didier.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : Bureau D.A. Casalonga - Josse.

(54) Huiles de procédé.

(57) Ces huiles de procédé présentent les caractéristiques
physiques et chimiques ci-après.

| | |
|--------------------------------------|--------------------------|
| Viscosité cinématique à 100°C | 15-37 mm ² /s |
| Point d'aniiline | 65-105°C |
| Constante de viscosité densité (VGC) | 0,845-0,900 |
| Teneur en polycycliques aromatiques | < 3% en poids |
| Composés aromatiques | 20-75% en poids |

FR 2 685 705 - A1



HUILES DE PROCEDE.

L'invention a pour objet des huiles de procédé.

On entend par huiles de procédé des huiles utilisées comme agent chimique dans un procédé de fabrication, ou qui entrent dans certaines fabrications comme constituants.

Les huiles de procédé selon l'invention, dénommées ENERTHENE (marque déposée) conviennent pour le travail des élastomères, notamment dans la fabrication des pneumatiques. Elles conviennent également pour la fabrication d'encres, notamment d'encres d'imprimerie.

D'autres utilisations des huiles du procédé selon l'invention sont la dilution des polymères, additifs pour lubrifiants, agents hydrofuges, antirouille, etc.

Pour convenir à ces utilisations, les huiles de procédé doivent présenter des caractéristiques chimiques et physiques particulières.

Parmi les caractéristiques chimiques importantes des huiles de procédé, on peut citer la viscosité cinématique à 100°C, le point d'aniline, la constante viscosité/densité (en anglais "Viscosity/gravity constant) (VGC), la répartition des constituants en hydrocarbures saturés, en composés polaires et en composés aromatiques et plus particulièrement la teneur en composés aromatiques et en polycycliques aromatiques (PCA). La détermination de la répartition en composés saturés, polaires et aromatiques est faite d'après la norme américaine ASTM D-2007. Cette détermination comprend la lixiviation de l'huile par du n-pentane, suivie de l'adsorption d'abord par de l'argile adsorbant puis par du gel de silice.

On entend par composés polaires les matières retenues sur l'argile adsorbant, dans des conditions déterminées. Ce sont des composés à plusieurs noyaux, comprenant un ou plusieurs hétérocycles renfermant du soufre ou de l'azote ou de l'oxygène.

On entend par composés aromatiques les matières non retenues par l'argile adsorbant, mais retenues sur le gel de silice, dans des conditions déterminées. Ce sont des composés à plusieurs noyaux ne renfermant pas d'hétérocycles.

On entend par hydrocarbures saturés les matières non retenues, ni par l'argile adsorbant, ni par le gel de silice, dans des conditions déterminées. Ce sont des paraffines comme l'hexane, des naphthènes comme le cyclohexane, des alkylnaphtènes ou composés similaires.

5 On entend par hydrocarbures aromatiques polycycliques (PCA) les hydrocarbures aromatiques et leurs dérivés renfermant du soufre ou de l'azote et comprenant trois ou plus de trois noyaux condensés. Ces noyaux peuvent être substitués par des chaînes courtes alkyle ou cycloalkyle. La détermination de la teneur en PCA se fait d'après la
10 norme IP 346 de l'Institut de Petrole britannique.

Les PCA sont considérés comme pouvant présenter un certain effet cancérigène et il y a par conséquent intérêt à limiter la teneur en PCA. Les huiles de procédé selon l'invention renferment une teneur en PCA inférieure à 3% en poids du poids total de l'huile.

15 D'autres caractéristiques importantes des huiles de procédé sont la viscosité cinématique à 40°C, le point éclair, le point d'écoulement, l'indice de réfraction, l'indice de réfraction théorique à la densité zéro, la teneur en soufre et la densité ou masse volumique.

La masse volumique est déterminée par la norme française
20 T60101. Les viscosités cinématiques sont déterminées selon la norme française T60100. Le point éclair est déterminé d'après la norme française T60118. Le point d'aniline est déterminé d'après la norme française M07021. Le point d'écoulement est déterminé d'après la norme française T60105. L'indice de réfraction est déterminé d'après
25 la norme française T60212.

L'indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) est déterminé d'après la norme américaine ASTM D2159.

La constante viscosité densité (viscosity gravity constante) (VGC) est déterminée d'après la norme américaine ASTM 2501.

30 La teneur en soufre est déterminée selon la norme française T07053.

La présente invention a pour objet des huiles de procédé, dénommées ENERTHENE, qui se distinguent (i) par des caractéristiques chimiques et physiques spécifiques, convenant pour
35 leur utilisation dans l'industrie des pneumatiques et des encres

d'imprimerie, et (ii) par une teneur en PCA inférieure à 3% en poids .

D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture de la description et des exemples.

5 Les caractéristiques physiques et chimiques des huiles de procédé selon l'invention sont représentées sur le tableau 1.

TABLEAU 1

| | | |
|----|---|-----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,910-0,965 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 150-1200 mm ² /s |
| 10 | Viscosité cinématique à 100°C | 15-37 mm ² /s |
| | Point éclair | > 220°C |
| | Point d'aniline | 65-105°C |
| | Point d'écoulement | < - 9°C |
| | Indice de réfraction | 1,51-1,54 |
| 15 | Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,03-1,07 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,845-0,900 |
| | Soufre % en poids | < 4% |
| 20 | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 3% |
| | <u>Nature chimique des constituants % poids</u> | |
| | Hydrocarbures saturés | 25-65 % |
| | Composés polaires | 0-20 % |
| 25 | Composés aromatiques | 20-75 % |

Des huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 317, qui conviennent pour différentes utilisations, notamment pour la fabrication des pneus et des encres d'imprimerie, présentent les caractéristiques physiques et chimiques mentionnées sur le tableau 2.

5

TABLEAU 2

| | | |
|----|---|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,930-0,950 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 150-400 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 15-22 mm ² /s |
| 10 | Point éclair | > 220°C |
| | Point d'aniline | 75-85°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,53 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité | |
| 15 | zéro (RI) | 1,03-1,06 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,850-0,880 |
| | Soufre % en poids | < 4% |
| | Polycycliques aromatiques | |
| | (PCA) % en poids | < 3% |
| 20 | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| | Hydrocarbures saturés | 25-65 % |
| | Composés polaires | 0-10 % |
| | Composés aromatiques | 40-75 % |

D'autres huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 327, donnent de bons résultats dans la fabrication des caoutchoucs. Leurs caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau 3.

TABLEAU 3

| | | |
|----|---|----------------------------|
| 5 | Masse volumique à 15°C | 0,910-0,940 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 400-650 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 25-32 mm ² /s |
| | Point éclair | > 270°C |
| | Point d'aniline | 95-105°C |
| 10 | Point d'écoulement | < -9°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,53 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,03-1,07 |
| 15 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,845-0,855 |
| | Soufre % en poids | < 3% |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 2% |
| 20 | <u>Nature chimique des constituants % poids</u> | |
| | Hydrocarbures saturés | 35-55 % |
| | Composés polaires | 0-10 % |
| | Composés aromatiques | 40-70 % |

Les huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 424, conviennent pour différentes utilisations, notamment pour la fabrication des encres d'imprimerie. Leurs caractéristiques physiques et chimiques sont résumées sur le tableau 4.

5

TABLEAU 4

| | | |
|----|---|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,930-0,960 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 400-600 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 22-27 mm ² /s |
| 10 | Point éclair | > 270°C |
| | Point d'aniline | -72-82°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,54 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité | |
| 15 | zéro (RI) | 1,04-1,07 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,870-0,885 |
| | Soufre % en poids | < 3,5% |
| | Polycycliques aromatiques | |
| | (PCA) % en poids | < 3% |
| 20 | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| | Hydrocarbures saturés | 25-50 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| | Composés aromatiques | 40-75 % |

Les huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 428, conviennent pour différentes applications, y compris la fabrication des pneus. Leurs caractéristiques physiques et chimiques sont résumées sur le tableau 5.

5

TABLEAU 5

| | | |
|----|---|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,945-0,965 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 650-900 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 25-33 mm ² /s |
| 10 | Point éclair | > 220°C |
| | Point d'aniline | -65-85°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,52-1,54 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité | |
| 15 | zéro (RI) | 1,04-1,07 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,880-0,900 |
| | Soufre % en poids | < 4 % |
| | Polycycliques aromatiques | |
| | (PCA) % en poids | < 3 % |
| 20 | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| | Hydrocarbures saturés | 55-65 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| | Composés aromatiques | 20-50 % |

Les huiles de procédé, dénommées ENERTHENE 432, donnent de bons résultats pour différentes applications, notamment pour la fabrication des pneus. Leurs caractéristiques physiques et chimiques sont résumées dans le tableau 6.

5

TABLEAU 6

| | | |
|----|---|-----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,935-0,965 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 650-1200 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 27-37 mm ² /s |
| 10 | Point éclair | > 290°C |
| | Point d'aniline | -76-86°C |
| | Point d'écoulement | < -9°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,52-1,54 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité | |
| 15 | zéro (RI) | 1,04-1,07 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,870-0,900 |
| | Soufre % en poids | < 4 % |
| | Polycycliques aromatiques | |
| | (PCA) % en poids | < 3 % |
| 20 | <u>Nature chimique des constituants % poids</u> | |
| | Hydrocarbures saturés | 25-65 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| | Composés aromatiques | 30-75 % |

L'invention a également pour objet le procédé de préparation des huiles de procédé ENERTHENE selon l'invention. Ces huiles peuvent être préparées par mélange, à partir d'huiles lubrifiantes de base, provenant du traitement des résidus de distillation atmosphérique et sous vide.

Les huiles de base préférées pour servir de matière de départ à la production des huiles du procédé ENERTHENE, sont les suivantes.

FILTRAT MOYEN Bright stock (FMBS)

C'est une base de lubrifiant à haute viscosité, obtenue à partir d'un résidu sous vide désasphalté au solvant et plus particulièrement au propane, recevant ensuite un traitement d'extraction des composés aromatiques au solvant et plus particulièrement au furfural, suivi d'un déparaffinage au solvant et plus particulièrement avec des alkyles cétones telles que la méthylisobutylcétone (MiBC).

Ses caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau

TABLEAU 7Caractéristiques des bases dénommées FILTRAT MOYEN BS

| | | |
|----|---|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,92-0,94 |
| 5 | Viscosité cinématique à 40°C | 500-800 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 20-40 mm ² /s |
| | Point éclair | > 220°C |
| | Point d'aniline | 90-110°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| 10 | Indice de réfraction à 20°C | 1,50-1,52 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,840-0,860 |
| | Soufre % en poids | < 3 % |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 2 % |
| 15 | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| | Hydrocarbures saturés | 30-55 % |
| | Composés polaires | 0-10 % |
| | Composés aromatiques | 40-70 % |

FILTRAT MOYEN 80 (FM 80)

5 C'est une base de lubrifiant à haute viscosité, obtenue à partir d'un distillat sous vide, dont on fait varier le point de coupe en fonction de l'origine du résidu atmosphérique. Le distillat d'une viscosité d'environ 14,5 cSt à 100°C est ensuite traité au solvant et plus particulièrement au furfural pour en extraire les composés aromatiques, puis il est déparaffiné au solvant et plus particulièrement avec des alkyles cétones.

10 Ses caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau 8.

TABLEAU 8

| | | |
|----|---|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,91-0,93 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 140-200 mm ² /s |
| 15 | Viscosité cinématique à 100°C | 10-20 mm ² /s |
| | Point éclair | > 220°C |
| | Point d'aniline | 80-95°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,49-1,52 |
| 20 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,840-0,860 |
| | Soufre % en poids | < 3 % |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 2 % |
| 25 | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| | Hydrocarbures saturés | 35-55 % |
| | Composés polaires | 0-10 % |
| | Composés aromatiques | 40-70 % |

EXTRAIT Bright stock (XTBS)

C'est un extrait de haute viscosité obtenu à partir d'un résidu sous vide, désasphalté au solvant et plus particulièrement au propane, traité ensuite au solvant et plus particulièrement au furfural pour en extraire les composés aromatiques, sans déparaffinage.

Ses caractéristiques physiques et chimiques figurent sur le tableau 9.

TABLEAU 9

| | | |
|----|---|---------------------------|
| 10 | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,99-1,02 |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 80-150 mm ² /s |
| | Point éclair | > 220°C |
| | Point d'aniline | 30-60°C |
| | Point d'écoulement | < 12°C |
| 15 | Indice de réfraction à 20°C | 1,55-1,58 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,920-0,96 |
| | Soufre % en poids | < 5 % |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 10 % |
| 20 | <u>Nature chimique des constituants % poids</u> | |
| | Hydrocarbures saturés | 5-25 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| | Composés aromatiques | 50-90 % |

Les ENERTHENE 317 peuvent être obtenus par mélange binaire de XTBS et de FM80, dans une proportion de 60 à 90% en poids et de préférence entre 75 et 85% en poids de FM80 et de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% en poids de XTBS.

5 Les ENERTHENE 327 peuvent être obtenus par mélange binaire de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% en poids de FM80 et de 60 à 90% en poids et de préférence entre 75 et 85% en poids de FMBS.

10 Les ENERTHENE 428 peuvent être obtenus par mélange binaire de 40 à 70% et de préférence entre 50 et 60% en poids de FM80 et de 30 à 60% en poids et de préférence entre 40 et 50% en poids de XTBS.

Les ENERTHENE 424 peuvent être obtenus par mélange ternaire
- de 45 à 75% en poids et de préférence entre 50 et 65% en poids de FM80;

15 - de 5 à 25% et de préférence entre 5 et 20% en poids de FMBS; et
- de 15 à 45% et de préférence entre 20 et 35% en poids de XTBS.

Les ENERTHENE 432 peuvent être obtenus par mélange ternaire
- de 10 à 45% et de préférence entre 20 et 35% de FM80;
- de 25 à 65% et de préférence entre 35 et 50% de FMBS;
- de 5 à 50% et de préférence de 20 à 35% en poids de XTBS.

20 Il est également possible de préparer les ENERTHENE 424 et 432 par mélange binaire en évitant l'utilisation d'extrait d'XTBS. Dans ce cas, on utilise comme matière de départ les bases FM80 alourdies (FM80A) et FMBS alourdies (FMBSA).

25 Ces bases alourdies sont obtenues en modifiant les conditions opératoires lors du procédé d'extraction au solvant pour extraire les aromatiques et plus particulièrement le gradient de température de la tour d'extraction ainsi que la température de décantation.

30 Les bases alourdies FM80A et FMBSA présentent une masse volumique, une viscosité, un point d'écoulement et un indice de réfraction à 20°C plus élevés que les bases FM80 et FMBS, respectivement.

Les caractéristiques de ces bases alourdies figurent sur les tableaux 10 et 11.

TABLEAU 10FM 80 A

| | | |
|----|---|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,92-0,95 |
| 5 | Viscosité cinématique à 40°C | 150-300 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 10-25 mm ² /s |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,53 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,860-0,880 |
| 10 | Soufre % en poids | < 5 % |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 3 % |
| | <u>Nature chimique des constituants % poids</u> | |
| 15 | Hydrocarbures saturés | 30-55 % |
| | Composés polaires | 0-15 % |
| | Composés aromatiques | 40-65 % |

TABLEAU 11FM BS A

| | | |
|----|---|------------------------------|
| | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,93-0,97 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 1000-2000 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 35-60 mm ² /s |
| 25 | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,54 |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 3 % |
| 30 | <u>Nature chimique des constituants % poids</u> | |
| | Hydrocarbures saturés | 25-55 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| | Composés aromatiques | 40-75 % |

5 Les ENERTHENE 424 peuvent être obtenus par le mélange binaire de FM80A et de FMBSA dans une proportion de 45 à 75% en poids et de préférence entre 50 et 65% en poids de FM80A et de 25 à 55% et de préférence entre 35 et 50% en poids de FMBSA .

10 Les ENERTHENE 432 peuvent être obtenus par le mélange binaire de FM80A et de FMBSA dans une proportion de 15 à 55% en poids et de préférence entre 25 et 40% en poids de FM80A et de 45 à 85% et de préférence entre 60 et 75% en poids de FMBSA.

10 Bien entendu, les bases d'huiles lubrifiantes FM80, FMBS, FM80A, FMBSA et l'extrait XTBS peuvent être remplacées dans la préparation des huiles de procédé selon l'invention par d'autres bases et extraits ayant des caractéristiques similaires.

15 - L'invention est illustrée par les exemples non limitatifs ci-après.

EXEMPLE 1Préparation d'ENERTHENE 317

| | | |
|---|---------|---------------|
| | - FM 80 | 80 % en poids |
| 5 | - XTBS | 20 % en poids |
| | TOTAL | 100 % |

EXEMPLE 2Préparation d'ENERTHENE 432

| | | |
|----|---------|---------------|
| 10 | - FM 80 | 36 % en poids |
| | - FMBS | 33 % en poids |
| | - XTBS | 31 % en poids |
| 15 | TOTAL | 100 % |

Les caractéristiques physiques et chimiques des ENERTHENE 317 et 432 préparés dans les exemples 1 et 2 respectivement, figurent sur le tableau 12.

TABLEAU 12

5

| | | <u>Exemple 1</u> | <u>Exemple 2</u> |
|---|--|------------------|------------------|
| | | <u>ENERTHENE</u> | <u>ENERTHENE</u> |
| | | <u>317</u> | <u>432</u> |
| 10 | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,935 | 0,948 |
| | Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s | 284 | 758,2 |
| | Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s | 18,4 | 32,1 |
| | Point éclair °C | 290 | 300 |
| | Point d'aniline °C | 81 | 82,5 |
| 15 | Indice de réfraction à 20°C | 1,5153 | 1,5270 |
| | Point d'écoulement °C | - 6 | - 15 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,868 | 0,8759 |
| | Indice de réfraction théorique à densité zéro (RI) | 1,049 | 1,0547 |
| 20 | Soufre % en poids | 2,3 | 2,8 |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | 2,9 | 2,8 |
| <u>Nature chimique des constituants</u> | | | |
| 25 | % poids | | |
| | Hydrocarbures saturés | 48 | 40,4 |
| | Composés polaires | 5 | 9,0 |
| | Composés aromatiques | 47 | 50,6 |

Les caractéristiques des bases de départ FM80, FMBS et XTBS utilisées pour la préparation des exemples 1 à 5, figurent sur le tableau 13.

TABLEAU 13

| | | <u>XT BS</u> | <u>FM 80</u> | <u>FM BS</u> |
|----|--|--------------|--------------|--------------|
| 5 | Masse volumique à 15°C kg/l | 1,0057 | 0,9236 | 0,9246 |
| | Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s | | 178,24 | 628,5 |
| | Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s | 97,3 | 14,14 | 33,89 |
| 10 | Soufre % en poids | 4,28 | 1,88 | 1,71 |
| | Point éclair °C | 298 | 276 | 312 |
| | Point d'aniline °C | 49,1 | 84 | 102,7 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,9363 | 0,8578 | 0,8444 |
| 15 | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | 4,9 | 0,83 | 0,56 |
| | <u>Nature chimique des constituants % poids</u> | | | |
| 20 | Hydrocarbures saturés | 13,8 | 42,3 | 48,8 |
| | Composés polaires | 15,6 | 2,5 | 6,2 |
| | Composés aromatiques | 70,6 | 55,2 | 45 |

EXEMPLE 3Préparation d'ENERTHENE 327

| | | |
|-------|--------|---------------|
| 5 | - FM80 | 20 % en poids |
| | - FMBS | 80 % en poids |
| TOTAL | | 100 % |

EXEMPLE 4Préparation d'ENERTHENE 424

| | | |
|-------|--------|---------------|
| 10 | - FM80 | 59 % en poids |
| | - FMBS | 10 % en poids |
| | - XTBS | 31 % en poids |
| TOTAL | | 100 % |

15

EXEMPLE 5Préparation d'ENERTHENE 428

| | | |
|-------|--------|---------------|
| 20 | - FM80 | 55 % en poids |
| | - XTBS | 45 % en poids |
| TOTAL | | 100 % |

Les caractéristiques physiques et chimiques des ENERTHENE 327, 424 et 428 préparés dans les exemples 3, 4 et 5 respectivement, figurent sur le tableau 14.

TABLEAU 14

| 5 | | <u>Exemple 3</u> | <u>Exemple 4</u> | <u>Exemple 5</u> |
|----|-----------------------------|------------------|------------------|------------------|
| | | <u>ENERTHENE</u> | <u>ENERTHENE</u> | <u>ENERTHENE</u> |
| | | <u>327</u> | <u>424</u> | <u>428</u> |
| 10 | Masse volumique à | | | |
| | 15°C kg/l | 0,925 | 0,943 | 0,958 |
| | Viscosité cinématique à | | | |
| | 40°C mm ² /s | 541 | 483 | 750 |
| | Viscosité cinématique à | | | |
| | 100°C mm ² /s | 30,0 | 24,6 | 29,3 |
| 15 | Point éclair °C | 303 | 296 | 288 |
| | Point d'aniline °C | 98 | 78 | 71,4 |
| | Indice de réfraction à | | | |
| | 20°C | 1,5151 | 1,5280 | 1,5335 |
| | Point d'écoulement °C | - 13 | - 9 | - 13 |
| 20 | Constante viscosité | | | |
| | densité (VGC) | 0,847 | 0,879 | 0,891 |
| | Indice de réfraction | | | |
| | théorique à densité | | | |
| | zéro (RI) | 1,054 | 1,058 | 1,056 |
| 25 | Soufre % en poids | 2,1 | 2,8 | 3,1 |
| | Polycycliques aroma- | | | |
| | tiques (PCA) % en poids | 0,7 | 2,9 | 2,9 |
| 30 | <u>Nature chimique des</u> | | | |
| | <u>constituants</u> % poids | | | |
| | Hydrocarbures saturés | 46,5 | 38 | 61 |
| | Composés polaires | 5,0 | 14 | 10 |
| | Composés aromatiques | 48,5 | 48 | 29 |

EXEMPLE 6

Préparation d'ENERTHENE 424 à partir des bases de lubrifiant
FM80A et FMBSA.

| | | |
|---|---------|--------------|
| 5 | - FM80A | 59% en poids |
| | - FMBSA | 41% en poids |
| | TOTAL | <hr/> 100% |

10

EXEMPLE 7

Préparation d'ENERTHENE 432 à partir des bases de lubrifiant
FM80A et FMBSA.

| | | |
|----|---------|--------------|
| 15 | - FM80A | 30% en poids |
| | - FMBSA | 70% en poids |
| | TOTAL | <hr/> 100% |

20

Les caractéristiques physiques et chimiques des ENERTHENE 424 et 432 préparés dans les exemples 6 et 7 respectivement, figurent sur le tableau 15.

TABLEAU 15

5

| | | <u>Exemple 6</u> | <u>Exemple 7</u> |
|---|--|------------------|------------------|
| | | <u>ENERTHENE</u> | <u>ENERTHENE</u> |
| | | <u>424</u> | <u>432</u> |
| 10 | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,9401 | 0,9449 |
| | Masse volumique à 40°C kg/l | 0,9038 | 0,9088 |
| | Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s | 277,5 | 735,2 |
| | Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s | 23,8 | 32,53 |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,5208 | 1,5244 |
| 15 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,870 | 0,87 |
| | Polycycliques aromatiques | | |
| | (PCA) % en poids | 2,5 | 1,7 |
| <u>Nature chimique des constituants</u> | | | |
| 20 | % poids | | |
| | Hydrocarbures saturés | 45 | 44,9 |
| | Composés polaires | 8,3 | 8,8 |
| | Composés aromatiques | 46,7 | 46,3 |

Les caractéristiques des bases de départ FM80A et FMBSA utilisés pour la préparation des exemples 6 et 7, figurent sur le tableau 16.

5

TABLEAU 16

| | | <u>FM80 A</u> | <u>FMBS A</u> |
|----|--|---------------|---------------|
| | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,933 | 0,9507 |
| 10 | Masse volumique à 70°C kg/l | 0,8965 | 0,9148 |
| | Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s | 199,8 | 1470,4 |
| | Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s | 14,76 | 49,55 |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,5156 | 1,5282 |
| | Point d'écoulement °C | - 16 | - 17 |
| 15 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,867 | 0,8715 |
| | (PCA) % en poids | 2,6 | 1,9 |
| | <u>Nature chimique des constituants</u> | | |
| | % poids | | |
| 20 | Hydrocarbures saturés | 45,17 | 44,72 |
| | Composés polaires | 7,53 | 9,38 |
| | Composés aromatiques | 47,3 | 45,9 |

REVENDECATIONS

1. Huiles de procédé, caractérisées par une teneur en polycycliques aromatiques (PCA) inférieure à 3% en poids du poids total, et en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | | |
|---|-----------------------------------|--------------------------|
| 5 | Viscosité cinématique à 100°C | 15-37 mm ² /s |
| | Point d'aniline | 65-105°C |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,845-0,900 |
| | Composés aromatiques | 20-75 % |

10 2. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | | |
|----|-----------------------------------|--------------------------|
| | Viscosité cinématique à 100°C | 15-22 mm ² /s |
| | Point d'aniline | 75-85°C |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,850-0,880 |
| 15 | Composés aromatiques | 40-75 % |

3. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | | |
|----|--|--------------------------|
| | Viscosité cinématique à 100°C | 25-32 mm ² /s |
| 20 | Point d'aniline | 95-105°C |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,845-0,855 |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 2% |
| 25 | Composés aromatiques | 40-70 % |

4. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | | |
|----|-----------------------------------|--------------------------|
| | Viscosité cinématique à 100°C | 22-27 mm ² /s |
| | Point d'aniline | 72-82°C |
| 30 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,870-0,885 |
| | Composés aromatiques | 40-75 % |

5. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | |
|-----------------------------------|--------------------------|
| Viscosité cinématique à 100°C | 25-33 mm ² /s |
| Point d'aniline | 65-85°C |
| Constante viscosité densité (VGC) | 0,880-0,900 |
| Composés aromatiques | 20-50 % |

- 5 6. Huiles de procédé, selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | |
|--------------------------------------|--------------------------|
| Viscosité cinématique à 100°C | 27-37 mm ² /s |
| Point d'aniline | 76-86°C |
| 10 Constante viscosité densité (VGC) | 0,870-0,900 |
| Composés aromatiques | 30-75 % |

7. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | |
|---|-----------------------------|
| 15 Masse volumique à 15°C | 0,910-0,965 |
| Viscosité cinématique à 40°C | 150-1200 mm ² /s |
| Viscosité cinématique à 100°C | 15-37 mm ² /s |
| Point éclair | > 220°C |
| Point d'aniline | 65-105°C |
| 20 Point d'écoulement | < - 9°C |
| Indice de réfraction | 1,51-1,54 |
| Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,03-1,07 |
| Constante viscosité densité (VGC) | 0,845-0,900 |
| 25 Soufre % en poids | < 4% |
| Polycycliques aromatiques | |
| (PCA) % en poids | < 3% |

Nature chimique des constituants % poids

| | |
|--------------------------|---------|
| 30 Hydrocarbures saturés | 25-65 % |
| Composés polaires | 0-20 % |
| Composés aromatiques | 20-75 % |

8. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | | |
|----|--|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,930-0,950 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 150-400 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 15-22 mm ² /s |
| | Point éclair | > 220°C |
| 5 | Point d'aniline | 75-85°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,53 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,03-1,06 |
| 10 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,850-0,880 |
| | Soufre % en poids | < 4% |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 3% |
| 15 | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| | Hydrocarbures saturés | 25-65 % |
| | Composés polaires | 0-10 % |
| | Composés aromatiques | 40-75 % |
| 20 | 9. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes : | |
| | Masse volumique à 15°C | 0,910-0,940 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 400-650 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 25-32 mm ² /s |
| 25 | Point éclair | > 270°C |
| | Point d'aniline | 95-105°C |
| | Point d'écoulement | < -9°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,53 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,03-1,07 |
| 30 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,845-0,855 |
| | Soufre % en poids | < 3% |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 2% |

Nature chimique des constituants % poids

| | | |
|--|-----------------------|---------|
| | Hydrocarbures saturés | 35-55 % |
| | Composés polaires | 0-10 % |
| | Composés aromatiques | 40-70 % |

5 10. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | | |
|----|---|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,930-0,960 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 400-600 mm ² /s |
| 10 | Viscosité cinématique à 100°C | 22-27 mm ² /s |
| | Point éclair | > 270°C |
| | Point d'aniline | 72-82°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,54 |
| 15 | Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,04-1,07 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,870-0,885 |
| | Soufre % en poids | < 3,5% |
| | Polycycliques aromatiques | |
| 20 | (PCA) % en poids | < 3% |

Nature chimique des constituants % poids

| | | |
|----|-----------------------|---------|
| | Hydrocarbures saturés | 25-50 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| 25 | Composés aromatiques | 40-75 % |

11. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes :

| | | |
|----|-------------------------------|----------------------------|
| | Masse volumique à 15°C | 0,945-0,965 |
| 30 | Viscosité cinématique à 40°C | 650-900 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 25-33 mm ² /s |
| | Point éclair | > 220°C |
| | Point d'aniline | 65-85°C |
| | Point d'écoulement | < -3°C |

| | | |
|----|--|-----------------------------|
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,52-1,54 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,04-1,07 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,880-0,900 |
| 5 | Soufre % en poids | < 4 % |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 3 % |
| | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| 10 | Hydrocarbures saturés | 55-65 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| | Composés aromatiques | 20-50 % |
| | 12. Huiles de procédé, caractérisées en ce qu'elles présentent les caractéristiques suivantes : | |
| 15 | Masse volumique à 15°C | 0,935-0,965 |
| | Viscosité cinématique à 40°C | 650-1200 mm ² /s |
| | Viscosité cinématique à 100°C | 27-37 mm ² /s |
| | Point éclair | > 290°C |
| | Point d'aniline | 76-86°C |
| 20 | Point d'écoulement | < -9°C |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,52-1,54 |
| | Indice de réfraction théorique à la densité zéro (RI) | 1,04-1,07 |
| 25 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,870-0,900 |
| | Soufre % en poids | < 4 % |
| | Polycycliques aromatiques (PCA) % en poids | < 3 % |
| | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
| 30 | Hydrocarbures saturés | 25-65 % |
| | Composés polaires | 5-20 % |
| | Composés aromatiques | 30-75 % |

13. Utilisation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 comme additifs pour lubrifiants, agents hydrofuges, agents antirouille et pour la dilution des polymères.

5 14. Utilisation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, pour la fabrication d'articles en caoutchouc, notamment des pneumatiques.

15. Utilisation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, pour la fabrication des encres.

10 16. Articles en caoutchouc et notamment les pneumatiques fabriqués selon un processus utilisant une huile de procédé, selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.

17. Encre renfermant une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.

15 18. Procédé de préparation d'une huile de procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé par mélange de bases de lubrifiant choisies dans le groupe formé par les bases dénommées filtrat moyen 80 (FM80), filtrat moyen BS (FMBS), extrait Bright stock (XTBS), filtrat moyen 80 alourdi (FM80A), filtrat moyen BS alourdi (FMBSA), des bases de lubrifiant ayant des caractéristiques similaires à celles des bases précédentes et leurs
20 mélanges, ces caractéristiques étant les suivantes :

| | | <u>FM BS</u> | <u>FM 80</u> | <u>XT BS</u> |
|----|--|--------------|--------------|--------------|
| | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,92-0,94 | 0,91-0,93 | 0,99-1,02 |
| 25 | Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s | 500-800 | 140-200 | |
| | Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s | 20-40 | 10-20 | 80-150 |
| | Point éclair °C | > 220 | > 220 | > 220 |
| | Point d'aniline °C | 90-110 | 80-95 | 30-60 |
| | Point d'écoulement °C | < -3 | < -3 | < +12 |
| 30 | Indice de réfraction à 20°C | 1,50-1,52 | 1,49-1,52 | 1,55-1,58 |
| | Constante viscosité densité (VGC) | 0,840-0,860 | 0,840-0,860 | 0,920-0,960 |
| | Soufre % en poids | < 3 | < 3 | < 5 |
| | Polycycliques aromatiques | | | |
| 35 | (PCA) % en poids | < 2 | < 2 | < 10 |

| <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | | | |
|---|-------|-------|-------|
| Hydrocarbures saturés | 30-55 | 35-55 | 5-25 |
| Composés polaires | 0-10 | 0-10 | 5-20 |
| Composés aromatiques | 40-70 | 40-70 | 50-90 |

5

| | | <u>FM 80 A</u> | <u>FM BS A</u> |
|----|--|----------------|----------------|
| 10 | Masse volumique à 15°C kg/l | 0,92-0,95 | 0,93-0,97 |
| | Viscosité cinématique à 40°C mm ² /s | 150-300 | 1000-2000 |
| | Viscosité cinématique à 100°C mm ² /s | 10-25 | 35-60 |
| | Point d'écoulement °C | < -3 | < -3 |
| | Indice de réfraction à 20°C | 1,51-1,53 | 1,51-1,54 |
| 15 | Constante viscosité densité (VGC) | 0,860-0,880 | 0,850-0,890 |
| | Polycycliques aromatiques | | |
| | (PCA) % en poids | < 3 | < 3 |

| | <u>Nature chimique des constituants</u> % poids | |
|----|---|-------|
| 20 | Hydrocarbures saturés | 30-55 |
| | Composés polaires | 0-15 |
| | Composés aromatiques | 40-65 |
| | | 25-55 |
| | | 5-20 |
| | | 40-75 |

25 19. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 2 ou 8, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80 et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- FM80 : de 60 à 90% et de préférence entre 75 et 85% % en poids
- XTBS : de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% % en poids.

30 20. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 3 ou 9, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80 et FMBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- FM80 : de 10 à 40% et de préférence entre 15 et 25% en poids
- FMBS : de 60 à 90% et de préférence entre 75 et 85% en poids.

35

21. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 5 ou 11, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80 et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- 5
- FM 80 : de 40 à 70% et de préférence entre 50 et 60% en poids
 - XTBS : de 30 à 60% et de préférence entre 40 et 50% en poids.

22. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 4 ou 10, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80, FMBS et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- 10
- FM80 : de 45 à 75% et de préférence entre 50 et 65% en poids
 - FMBS : de 5 à 25% et de préférence entre 5 et 20% en poids
 - XTBS : de 15 à 45% et de préférence entre 20 et 35% en poids.

23. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 6 ou 12, par mélange d'huiles de base de lubrifiant FM80, FMBS et XTBS ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- 15
- 20
- FM80 : de 10 à 45% et de préférence entre 20 et 35% en poids
 - FMBS : de 25 à 65% et de préférence entre 35 et 50% en poids
 - XTBS : de 5 à 50% et de préférence entre 20 et 35% en poids.

24. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 4 ou 10, par mélange d'huiles de base de lubrifiant alourdies FM80A et FMBSA ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

- 25
- FM80A : de 45 à 75% et de préférence entre 50 et 65% en poids
 - FMBSA : de 25 à 55% et de préférence entre 35 et 50% en poids.

25. Procédé de préparation d'huiles de procédé ayant des caractéristiques définies dans la revendication 6 ou 12, par mélange d'huiles de base de lubrifiant alourdies FM80A et FMBSA ou d'huiles de base ayant des caractéristiques similaires dans les proportions suivantes :

30

- FM80A : de 15 à 55% et de préférence entre 25 et 40% en poids
- FMBSA : de 45 à 85% et de préférence entre 60 et 75% en poids.

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FR 9116291
FA 468464

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS | | Revendications concernées de la demande examinée |
|---|--|---|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | |
| Y | DE-A-3 938 620 (KLAUS DAHLEKE K.G.) * colonne 1, ligne 1 - ligne 55; revendications 1,3,7,8 * | 1-17 |
| Y | EP-A-0 448 793 (RUTGERWEKE A.G.) * page 2, colonne 1, ligne 48 - ligne 57; revendications 1,6,7 * | 1-17 |
| Y | KAUTSCHUK UND GUMMI - KUNSTSTOFFE vol. 44, no. 6, 1991, HEIDELBERG DE pages 528 - 536 W.A.SCHNEIDER 'process oils in oil extended sbr' * page 529; tableau 2 * | 1-17 |
| A | GUMMI, ASBEST, KUNSTSTOFFE vol. 34, no. 9, Septembre 1981, STUTTGART DE pages 570 - 576 G.G.HAMILTON 'can mixture of aromatic and paraffinic oils replace naphtenics in rubber compounds' * page 574; tableau 2 * | 18 |
| A | US-A-3 847 623 (I.W.MILLS) * colonne 8, ligne 53 - colonne 9, ligne 33; revendications 1,4 * | 18 |
| | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) |
| | | C10M C09D C08K |
| Date d'achèvement de la recherche 29 SEPTEMBRE 1992 | | Examinateur RO TSAERT L.D.C. |
| <p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons * : membre de la même famille, document correspondant</p> | | |